

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 102 31 835.2

Anmeldetag: 12. Juli 2002

Anmelder/Inhaber: Sartorius AG, Göttingen/DE

Bezeichnung: Verfahren zur Crossflow-Filtration von Getränken

IPC: C 12 H 1/075

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 13. Mai 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Wehner

BEST AVAILABLE COPY

Anmelder: Sartorius AG, Göttingen
Anwaltsakte: P-SAR 29

5 Verfahren zur Crossflow-Filtration von Getränken

Beschreibung

10 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Crossflow-Filtration von Getränken, insbesondere von Bier, die als Speiseflüssigkeit einem Filtermodul mit mindestens einer Membran in Filtrationsintervallen zugeführt werden.

15 Die Crossflow-Filtration von Bier hat sich bis heute nicht am Markt durchgesetzt, da die Filtrationskosten oberhalb derer der Standartverfahren, wie z.B. der Kieselgur-Filtration liegen. Eine Ursache für die nicht konkurrenzfähige Wirtschaftlichkeit ist, dass die Membranen nach bereits fünfzig Filtrationszyklen so verblockt sind, dass sie durch herkömmliche
20 Methoden nicht mehr chemisch regeneriert werden können (Bruens, Lute, Brauwelt 38, 2001, S. 1639-1643: "Ist die Crossflow-Bierfiltration mittlerweile eine wirtschaftliche Alternative?").

Ein Ansatz zur Lösung dieses Problems liegt im Einsatz von katalytisch-oxydativen Reinigungsmitteln. Durch den Einsatz dieser Mittel lassen sich die Membranen zwar vollständig regenerieren, jedoch sind diese Mittel im Bezug auf die Umweltverträglichkeit sehr bedenklich, so dass der Einsatz in einigen Ländern der EU verboten ist. Ein weiterer, entscheidender
30 Nachteil ist die hohe Aggressivität des Mittels gegenüber Polymermembranen, wodurch die Lebensdauer der Filtermodule stark reduziert wird. Dadurch können sich langfristig sogar
35 höhere Filtrationskosten als bei den vergleichbaren Alternativenlösungen, wie Kieselgur- und Schichten-Filtration erge-

ben. Aus diesen Gründen ist es sinnvoll, ein Filtrationsverfahren zur Verfügung zu haben, bei dem auf den Einsatz von aggressiven Reinigungsmitteln verzichtet werden kann.

5 Aus der EP 0 689 585 B1 ist ein Verfahren zum Klären von Bier mit Hilfe der Crossflow-Micro-Filtration bekannt. Bei diesem Verfahren soll der Filtratdurchsatz durch periodisches Entfernen von angelagerten Membran-Deckschichten in kurzen Filtrationsintervallen erhöht werden, wobei die Membran in ersten
10 Filtrations-Intervallen mit Reinigungsflüssigkeiten gespült und die Haftung der Deckschicht an der Membran chemisch angelöst wird, so dass die angelösten Deckschichten anschließend mit Spülflüssigkeit, vorzugsweise Wasser von der Filtratseite auf die Unfiltratseite gespült und wenigstens teilweise entfernt werden. Dabei wird vorgeschlagen, den transmembranen
15 Druck nach einer Zeitfunktion zu steuern, so dass sich in bestimmten Zeitintervallen eine integrierte Rückspülung mit Filtrat einstellt. Der Membranendruck soll dabei im Wesentlichen periodische, z.B. sinus-, dreiecks- oder sägezahnähnliche Funktionen aufweisen. Auch wird in dieser Druckschrift
20 vorgeschlagen die Fließrichtung des Bieres längs der Membran umzukehren.

Das bekannte Verfahren bringt zwar eine Verbesserung mit
25 sich, führt aber noch nicht zu den erhofften langen Standzeiten der Membran und einer damit einhergehenden Kostensenkung.

Weiterhin ist aus der EP 0 645 174 B1 ein Verfahren zur Crossflow-Filtration von Bier bekannt, bei der das Bier über
30 eine asymmetrische Membran geführt wird, die eine solche Porenstruktur aufweist, dass die Poren auf der Zufuhrseite der Membran größer sind als die nominale Porengröße und die Poren der nominalen Porengröße im Querschnitt in Richtung der Permeatseite auftreten, wobei die herausfiltrierten Komponenten
35 von der Membran diskontinuierlich zurückgespült werden und

anschließend mit der Flüssigkeit weggespült werden. Das Rückspülen dauert dabei 0,05 bis < 1 s, wobei die Membran eine nominale Porengröße von 0,1 bis 5 μm aufweist.

- 5 Nachteilig bei dem bekannten Verfahren ist, dass eine relativ aufwendige und teure Membran benötigt wird. Auch bei diesem Verfahren gilt es, die Standzeiten bzw. die Lebensdauer zu verbessern und die Filtrationskosten zu senken.
- 10 Weiterhin ist aus der DE 43 32 175 C2 ein Verfahren zur Crossflow-Filtration von Flüssigkeiten, insbesondere von heterodispersen Suspensionen, wie Bier, mittels Crossflow-Micro-Filtrations-Modulen bekannt, bei dem sich Filtrationszyklen und Reinigungszyklen abwechseln, wobei während der
- 15 Filtration der transmembrane Druck laufend gemessen wird und bei dem der Reinigungszyklus immer dann durchgeführt wird, wenn der Transmembrandruck einen vorgegebenen Wert übersteigt. In dieser Druckschrift wird der Fachmann darauf hingewiesen, dass eine periodische Rückspülung zur Beeinflussung
- 20 der auf der Membran sich ausbildenden Deckschicht den Nachteil habe, dass mit zunehmender Betriebsdauer die Fluxrate auch zu Beginn, also nach der Rückspülung mit Filtrat niedriger liegt als beim vorhergehenden Zyklus, was dadurch zu erklären sei, dass gewisse Adsorptionseffekte eintreten, die zu
- 25 einer Blockierung der Membran im begrenzten Rahmen führen.

Nachteilig bei diesem bekannten Verfahren ist, dass relativ schnell und häufig eine chemische Reinigung durchgeführt werden muss. Auch hier ist die Standzeit der Membranen noch verbesserungsbedürftig.

30

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, ein Verfahren zur Crossflow-Filtration von Getränken vorzuschlagen, das längere Standzeiten der Membranen aufweist und kostengünstiger durchgeführt werden kann.

35

Diese Aufgabe wird in Verbindung mit dem Oberbegriff des Anspruches 1 dadurch gelöst, dass folgende Schritte durchgeführt werden:

- 5 a) Einleiten der Speiseflüssigkeit in das Filtermodul über einen ersten Anschluss auf der Unfiltratseite über einen vorgebbaren Überströmungszeitraum mit einem Eingangsdruck, der ausreicht, um den Filtratfluss auf der Filtratseite des Filtermoduls innerhalb vorgegebener Grenzwerte zu halten, und Ableiten des Konzentrats über einen
10 zweiten Anschluss auf der Unfiltratseite des Filtermoduls,
- b) Vermindern des Eingangsdruckes an dem ersten Anschluss und druckstoßartiges Rückspülen mit Filtrat bei Fließrichtungsumkehr quer zur Membran,
- 15 c) Wiederholen der Schritte a) und b) so oft, bis der Filtratfluss den unteren vorgegebenen Grenzwert unterschreitet,
- d) Leerdrücken des Filtermoduls,
- e) Rückspülen des Filtermoduls von der Filtratseite her mit
20 Wasser und anschließend mit einer Chemikalien enthaltenden Lösung,
- f) Ruhen lassen des mit der Chemikalien enthaltenden Lösung gefüllten Filtermoduls über eine vorgegebene Einwirkzeit,
- g) Spülen des Filtermoduls mit Wasser bis zur Neutralität,
- 25 h) Füllen des Filtermoduls mit entgastem Wasser,
- i) Herausdrücken des Wassers aus dem Filtermodul mit Gas und Entspannung des Filtermoduls und
- j) Fortsetzen mit den Schritten a) bis k).

30 Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden zusätzlich nach dem Schritt b) die Schritte b1) und b2) durchgeführt, nämlich:

- b1) Einleiten der Speiseflüssigkeit mit Fließrichtungsumkehr
35 längs zur Membran in das Filtermodul über den zweiten oder einen benachbarten dritten Anschluss auf der Unfilt-

ratseite über den vorgegebenen Überströmungszeitraum mit einem Eingangsdruck, der ausreicht, um den Filtratfluss auf der Filtratseite des Filtermoduls innerhalb der vorgegebenen Grenzwerte zu halten und Ableiten des Konzentrats über den ersten Anschluss oder einen dem ersten Anschluss benachbarten vierten Anschluss auf der Unfiltratseite des Filtermoduls und

b2) Vermindern des Eingangsdruckes an dem zweiten oder vierten Anschluss und druckstoßartiges Rückspülen mit Filtrat durch Fließrichtungsumkehr quer zur Membran.

Überraschenderweise hat sich gezeigt, dass bei Durchführung der erfindungsgemäßen Verfahrensschritte die Membran eine außergewöhnlich gute Entwicklung der Wasserwerte im Laufe der Versuchsreihen zeigt. Über einen Zeitraum von vier Monaten wurde Bier filtriert und dabei über 300 Filtrationszyklen durchgeführt. Dabei zeigte sich, dass der Wasserwert nach keiner Zwischenreinigung unter 83 % lag. Durch eine längere Reinigung mit Natriumlauge über einen Zeitraum von 30 - 60 min konnte immer wieder der Wasserwert der neuen Membran erreicht werden. Dieses ausgezeichnete Regenerierverhalten der Membran hat die folgenden technologische Vorzüge, wodurch die Filtrationskosten deutlich gesenkt werden:

- Die Länge der Filtrationsintervalle ist konstant und verringert sich mit laufendem Einsatz nicht.
- Durch die Reinigung unter Verzicht auf stark oxydative Reinigungsmittel werden die Membranen nicht geschädigt.
- Die Lebensdauer der Filtermodule wird nicht negativ beeinflusst, wodurch die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens steigt.
- Durch das Einleiten der Speiseflüssigkeit in das Filtermodul innerhalb vorgegebener Grenzwerte mit Ableiten des Konzentrats über einen zweiten Anschluss, durch das Vermindern des Eingangsdruckes in Verbindung mit einem druckstoßartigen Rückspülen mit Filtrat, vorzugsweise

durch eine Fließrichtungsumkehr längs zur Membran und anschließende Fließrichtungsumkehr quer zur Membran wird in Verbindung mit den nachfolgenden Schritten eine effektive und schonende Regeneration der Membranen erreicht.

5

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird bei den Schritten a) und b1) der Filtratfluss über eine Drehzahlregelung einer Rezirkulationspumpe im Wesentlichen konstant gehalten. Durch diese Arbeitsweise wird die Filtration mit einem geringen Eingangsdruck gestartet, wodurch eine frühe Kompaktierung einer Deckschicht verhindert wird. Im Laufe der Filtration muss die Überströmung kontinuierlich angehoben werden, um einen konstanten Filtratfluss zu erhalten. Dabei steigt der Eingangsdruck langsam an.

15

Nach einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung werden die Schritte a) und b1) jeweils in einem festen, zwischen einer und fünf Minuten liegenden Zeitintervall durchgeführt. Die Schritte b) und b2) werden dabei mit einem Rückspüldruck durchgeführt, der vorzugsweise 0,5 bar über dem Eingangsdruck des Filtermoduls liegt. Der Rückspüldruck wird dabei über eine Filtratrückspülpumpe mit zum Filtermodul hin vorgeschaltetem Rückspülventil zur Erzeugung eines Druckstoßes erzeugt.

25

Besonders vorteilhaft ist es, wenn die Rückspülung nach erfolgter Fließrichtungsumkehr bei einer vorbestimmten Öffnungszeit des Rückspülventils von 100 bis 700 ms, vorzugsweise ca. 300 ms durchgeführt wird. Dabei wird unmittelbar nach dem Rückspülen die Leistung der Rezirkulationspumpe auf einen neuen Offset-Wert verringert. Dies verhindert einen unzulässig hohen Filtratfluss unmittelbar nach dem Rückspülvorgang, da nach erfolgter Rückspülung der Verblockungsgrad und somit auch der Durchflusswiderstand der Membran drastisch verringert wird. Ein unzulässig hoher Filtratfluss würde zum uner-

35

wünschten schnellen Verblocken der Membran führen. Dabei ist vorteilhaft, die Leistung der Rezirkulationspumpe schon während der Fließrichtungsumkehr auf einen vorher berechneten Wert abzusenken. Dadurch wird gleichzeitig der Filtermoduleingangsdruck abgesenkt. Infolge davon, kann der Rückspül-
 5 druck (0,5 bar über Filtermoduleingangsdruck) bei der Filtratrückspülung abgesenkt werden, wodurch die Belastung der Module verringert wird. Außerdem wird die Filtration nach einer Rückspülung wieder sanft gestartet, wodurch eine schnelle
 10 Verblockung der Membran verhindert wird.

Nach einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird der neue Offset-Wert (Leistung der Rezirkulationspumpe unmittelbar nach einer Rückspülung) nach der Formel
 15
$$\text{Offset}_n = (\text{aktuelle Leistung} - 15\% - \text{Offset}_{n-1}) \cdot 0,9 + \text{Offset}_{n-1}$$
 berechnet. Durch den Einsatz des Offset-Reducings ließen sich bei Versuchen die Standzeiten um mehr als 50 % steigern.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung weist
 20 die Membran eine Porengröße von 0,4 bis 0,6 µm, vorzugsweise von ca. 0,5 µm, auf.

Weitere bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung sind in den Unteransprüchen beschrieben.
 25

Weitere Einzelheiten der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden ausführlichen Beschreibung und den beigefügten Zeichnungen, in denen bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung beispielhaft veranschaulicht sind.
 30

In den Zeichnungen zeigen:

Figur 1: Einen schematischen Verfahrensablauf und

Figur 2: eine schematische Darstellung einer Filtrationsanlage zur Crossflow-Filtration von Bier.

Eine Filtrationsanlage 1 besteht im Wesentlichen aus einem Filtermodul 2, einer Rezirkulationspumpe 4 und einer Filtratrückspülpumpe 5.

Als Filtermodule 2 kommen vorzugsweise Sartocon®-Cassetten der Fa. Sartorius in Frage.

10

Auf der Unfiltratseite 7 ist dem Filtermodul 2 die Rezirkulationspumpe 4 vorgelagert. Dem Filtermodul 2 wird über die Rezirkulationspumpe 4 Speiseflüssigkeit 8 zugeführt, die das Unfiltrat bildet. Die Rezirkulationspumpe 4 ist über eine erste Feedleitung 9 mit einem ersten Anschluss 10 am ersten Ende 11 des Filtermoduls 2 verbunden. Ein auf der Unfiltratseite 7 an dem ersten Ende 11 gegenüberliegenden zweiten Ende 12 des Filtermoduls 2 angeordneter zweiter Anschluss 13 ist über eine Retentatleitung 14 zur Rezirkulation mit der Rezirkulationspumpe 4 verbunden. Am zweiten Ende 12 ist dem zweiten Anschluss 13 ein dritter Anschluss 15 auf der Unfiltratseite 7 benachbart. Zur tangentialen Fließrichtungsumkehr ist die Rezirkulationspumpe 4 über eine zweite Feedleitung 16 mit dem dritten Anschluss 15 verbunden. Zur Ableitung des Retentats bzw. des Konzentrats aus dem Filtermodul 2 ist ein vierter Anschluss 18 dem ersten Anschluss 10 benachbart am ersten Ende 11 des Filtermoduls 2 angeordnet. Die zweite Retentatleitung 17 verbindet somit den vierten Anschluss 18 mit der Retentatleitung 14 bzw. der Rezirkulationspumpe 4. Auf der Filtratseite 19 des Filtermoduls 2 ist das Filtermodul 2 über ein erstens Ventil 20 mit einer Filtratleitung 21 verbunden. Auf der dem Filtermodul 2 abgewandten Seite des ersten Ventils ist die Filtratrückspülpumpe 5 über eine Rückspülleitung 22 mit der Filtratleitung 21 verbunden. Ausgangsseitig ist die Filtratrückspülpumpe 5 über ein Rückspülventil 23 mit ei-

nem filtermodulseitigen Teilstück 24 der Filtratleitung 21 verbunden. Auf der dem Filtermodul 2 abgewandten Seite der Filtratleitung 21 ist ein Flussmesser 25 zur Messung des Filtratflusses angeordnet. Weiterhin ist eine Kaltwasserleitung 26 zur Zuführung von Kaltwasser, eine Heißwasserleitung 27 zur Zuführung von Heißwasser und eine Zip-Leitung 28 zur Zuführung von Chemikalien, beispielsweise Natronlauge (NaOH), mit der Filtratleitung 21 verbunden.

Die Speiseflüssigkeit 8 wird beispielsweise in Form von zu filtrierenden Bier über eine Speiseleitung 29 über die Rezirkulationspumpe 4 dem Filtermodul 2 über den ersten Anschluss 10 zugeführt. Dabei strömt die Speiseflüssigkeit 8 in tangentialer Richtung an der Membran 6 vorbei und wird über den zweiten Anschluss 13 als Konzentrat abgeführt und über die Retentatleitung 14 der Rezirkulationspumpe 4 neu zugeführt. Das quer zur Membran 6 fließende Filtrat fließt über das erste Ventil 20 über die Filtratleitung 21 in einen nicht dargestellten Filtrattank. Der Filtratfluss wird von dem Flussmesser 25 gemessen und durch Steuerung der Drehzahl der Rezirkulationspumpe 4 über einen vorgegebenen Zeitraum konstant gehalten. Anschließend erfolgt eine Verminderung des Eingangsdruckes am ersten Anschluss 10 und ein druckstoßartiges Rückspülen mit Filtrat. Zur Filtratrückspülung bzw. Fließrichtungsumkehr wird die Filtratrückspülpumpe 5 bei geschlossenem Rückspülventil 23 gestartet. Anschließend wird das erste Ventil 20 geschlossen und das Rückspülventil 23 für eine kurze Dauer von 100 bis 700 ms, vorzugsweise von 300 ms geöffnet. Die Leistung der Rezirkulationspumpe 4 wird schon während der Feedumkehr auf einen vorher berechneten Offset-Wert (Leistung der Rezirkulationspumpe 4 unmittelbar nach einer Rückspülung) abgesenkt. Die Berechnung erfolgt nach der Formel:

$$\text{Offset}_n = (\text{aktuelle Leistung} - 15\% - \text{Offset}_{n-1}) \cdot 0,9 + \text{Offset}_{n-1}$$

Anschließend erfolgt eine tangentielle Fließrichtungsumkehr durch Einleiten der Speiseflüssigkeit über den dritten Anschluss 15 in das Filtermodul 2 und Ableitung des Konzentrats über den vierten Anschluss 18. Nach Erreichen eines vorgegebenen Zeitraumes erfolgt wieder ein Vermindern des Eingangsdruckes (am dritten Anschluss) und ein druckstoßartiges Rückspülen mit Filtrat von der Filtratseite 19 her. Der Filtrationsdurchgang wird beendet, wenn der aktuelle Filtratfluss $dV/dt\text{-Filtrat} < \text{vorgegebener Grenzwert } dV/dt\text{-Grenzwert}$. Nunmehr wird eine Zwischenreinigung eingeleitet. Hierzu wird zunächst das Filtermodul 2 von der Unfiltratseite 7 her mit Gas (CO_2) aus der Anlage in einen nicht dargestellten Auffangtank gedrückt und später weiterverwertet. Danach wird die Filtrationsanlage 1 von der Filtratseite 19 her zuerst mit über die Kaltwasserleitung 26 zugeführten Kaltwasser (ca. 30 s zur Entfernung von Konzentratreten) und danach ca. 1 min mit über die Heißwasserleitung 27 zugeführtem Heißwasser mit einer Temperatur von ca. 60°C gespült. Kurz vor dem Abstellen des Heißwassers wird NaOH über die Zip-Leitung 28 in das Spülwasser dosiert. Die Dossierung wird dabei so eingestellt, dass das Filtermodul mit 1%iger NaOH gefüllt wird. Nach einer Pause von mindestens 5 min wird die Natronlauge 2 min mit Heißwasser und 4 min mit kaltem Wasser gespült, wobei zur Neutralisation eine Dosierung von Zitronensäure erfolgen kann. Zum Schluss wird die Filtrationsanlage 1 mit entgastem Wasser gefüllt. Nach der Zwischenreinigung wird das entgaste Wasser mit CO_2 aus der Filtrationsanlage 1 gedrückt und vorgespannt. Dadurch befinden sich keinerlei Sauerstoffreste mehr in der Filtrationsanlage, so dass eine Sauerstoffaufnahme des Bieres, welches im Anschluss in die Filtrationsanlage 1 gefüllt wird, ausgeschlossen werden kann.

Beispiel:

In einer Brauerei wurden aus der Zuführleitung eines Bierfilters über eine Zeit von 3 h insgesamt 15 hl unfiltriertes Bier entnommen und nach der Filtration mit einer modifizierten Sartoflow 10-Anlage der Fa. Sartorius mit 7 m² Filterfläche in die Bierleitung zurückgeführt. Die Anlage lief also mit einem Durchfluss von 500 l/h, was einen Durchfluss (Flux) von über 70 l/hm² entspricht. Nach 3 h wurde erstmals eine Zwischenreinigung durchgeführt und unmittelbar im Anschluss daran die Filtration neu gestartet. Bei der nachfolgenden Filtration wurde die gleiche Filtrationsleistung wie im ersten Zyklus erreicht. Bei den Versuchen konnte über einen Zeitraum von 4 Monaten dieses über 300 mal wiederholt werden, wobei die Leistung der Filtrationsanlage 80 % der Ausgangsleistung nicht unterschritt, so dass davon auszugehen ist, dass sich dieses Ergebnis auch über einen noch längeren Zeitraum halten lässt. Die erreichten Filtrationskosten liegen unter den vergleichbaren Filtrationsverfahren, so dass ein Einsatz im großtechnischen Maßstab sinnvoll ist.

Anmelder: Sartorius AG, Göttingen
Anwaltsakte: P-SAR 29

5 Patentansprüche

1. Verfahren zur Crossflow-Filtration von Getränken, insbesondere von Bier, die als Speiseflüssigkeit einem Filtermodul mit mindestens einer Membran in Filtrationsintervallen zugeführt werden, das in zwischen den Filtrationsintervallen liegenden Reinigungsintervallen von der Filtratseite her mit einer Reinigungslösung gereinigt und mit Wasser gespült wird, **dadurch gekennzeichnet**, dass folgende Schritte durchgeführt werden:

- a) Einleiten der Speiseflüssigkeit (8) in das Filtermodul (2) über einen ersten Anschluss (10) auf der Unfiltratseite (7) über einen vorgebbaren Überströmungszeitraum mit einem Eingangsdruck, der ausreicht, um den Filtratfluss auf der Filtratseite (19) des Filtermoduls (2) innerhalb vorgegebener Grenzwerte zu halten, und Ableiten des Konzentrats über einen zweiten Anschluss (13) auf der Unfiltratseite (7) des Filtermoduls (2),
- b) Vermindern des Eingangsdruckes an dem ersten Anschluss (10) und druckstoßartiges Rückspülen mit Filtrat durch Fließrichtungsumkehr quer zur Membran (6),
- c) Wiederholen der Schritte a) und b) so oft, bis der Filtratfluss den unteren vorgegebenen Grenzwert unterschreitet,
- d) Leerdrücken des Filtermoduls (2),
- e) Rückspülen des Filtermoduls (2) von der Filtratseite (19) her mit Wasser und anschließend mit einer Chemikalien enthaltenden Lösung,
- f) Ruhen lassen des mit der Chemikalien enthaltenden Lösung gefüllten Filtermoduls (2) über eine vorgegebene Einwirkzeit,

- g) Spülen des Filtermoduls (2) mit Wasser bis zur Neutralität,
- h) Füllen des Filtermoduls (2) mit entgastem Wasser,
- i) Herausdrücken des Wassers aus dem Filtermodul (2) mit
5 Filtrat und
- j) Fortsetzen mit den Schritten a) bis i).

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass
10 in Anschluss an Schritt b) die folgenden Schritte eingefügt werden:

- b1) Einleiten der Speiseflüssigkeit (8) mit Fließrichtungsumkehr längs zur Membran (6) in das Filtermodul (2) über den zweiten oder einen benachbarten dritten Anschluss (13, 15) auf der Unfiltratseite (7) über den vorgegebenen
15 Überströmungszeitraum mit einem Eingangsdruck, der ausreicht, um den Filtratfluss auf der Filtratseite (19) des Filtermoduls (2) innerhalb der vorgegebenen Grenzwerte zu halten und Ableiten des Konzentrats über den ersten Anschluss oder einen dem ersten Anschluss (10) benachbarten
20 vierten Anschluss (18) auf der Unfiltratseite (7) des Filtermoduls (2) und
- b2) Vermindern des Eingangsdruckes an dem zweiten oder vierten Anschluss (13, 18) und druckstoßartiges Rückspülen mit Filtrat durch Fließrichtungsumkehr quer zur Membran
25 (6).

3. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass bei den Schritten a) und b1) der Filtratfluss über eine Drehzahlregelung einer Rezirkulationspumpe (4) im Wesentlichen
30 konstant gehalten wird.

4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Schritte a) und b1) jeweils in einem festen, zwischen einer und fünf Minuten liegenden Zeitintervall durchgeführt werden.
35

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Schritte b) und b2) mit einem Rückspüldruck durchgeführt werden, der mindestens 0,5 bar über dem Eingangsdruck des Filtermoduls (2) liegt.

5

6. Verfahren nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Rückspüldruck über eine Filtratrückspülpumpe (5) mit zum Filtermodul (2) hin vorgeschaltetem Rückspülventil (23) zur Erzeugung eines Druckstoßes erzeugt wird.

10

7. Verfahren nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Öffnungszeit des Rückspülventils (23) zwischen 100 und 700 ms beträgt.

15 8. Verfahren nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Öffnungszeit des Rückspülventils (23) ca. 300 ms beträgt.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, dass unmittelbar nach dem Rückspülen die Leistung der Rezirkulationspumpe (4) auf einen neuen Offset-Wert (Offset_n) verringert wird.

20

10. Verfahren nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Leistung der Rezirkulationspumpe (4) bereits während der Fließrichtungsumkehr der Speiseflüssigkeit (8) längs zur Membran (6) auf den neuen Offset-Wert (Offset_n) abgesenkt wird.

25

11. Verfahren nach Anspruch 9 oder 10, **dadurch gekennzeichnet**, dass der neue Offset-Wert (Offset_n) nach der Formel

30

$$\text{Offset}_n = (\text{aktuelle Leistung} - 15\% - \text{Offset}_{n-1}) \cdot 0,9 + \text{Offset}_{n-1}$$
berechnet wird.

12. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 11, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Leerdrücken des Filtermoduls (2) von Konzentrat nach Schritt d) mit CO₂ als Gas erfolgt.

5 13. Verfahren nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Konzentrat in einem Tank zur späteren Weiterverwertung gesammelt wird.

10 14. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 13, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Rückspülen nach Schritt e) zuerst mit kaltem Wasser und anschließend mit Heißwasser erfolgt, dem kurz vor dem Abstellen Natronlauge zugesetzt wird.

15 15. Verfahren nach Anspruch 14, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Filtermodul (2) ca. 30 s mit kaltem Wasser und ca. 1 min mit Heißwasser einer Temperatur von ca. 60°C gespült wird.

20 16. Verfahren nach Anspruch 14 oder 15, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Dosierung der Natronlauge so eingestellt wird, dass das Filtermodul (2) mit ca. 1%iger Natronlauge gefüllt wird.

25 17. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 16, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Einwirkzeit nach Schritt f) mindestens 5 min beträgt.

30 18. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 17, **dadurch gekennzeichnet**, dass entsprechend Schritt g) zunächst ca. 2 min mit Heißwasser und anschließend ca. 4 min mit kaltem Wasser gespült wird.

19. Verfahren nach Anspruch 18, **dadurch gekennzeichnet**, dass zur Neutralisation Zitronensäure dem kalten Wasser zudosiert wird.

20. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 19, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Membran (6) eine Porengröße von 0,4 bis 0,6 μm , vorzugsweise von ca. 0,5 μm , aufweist.

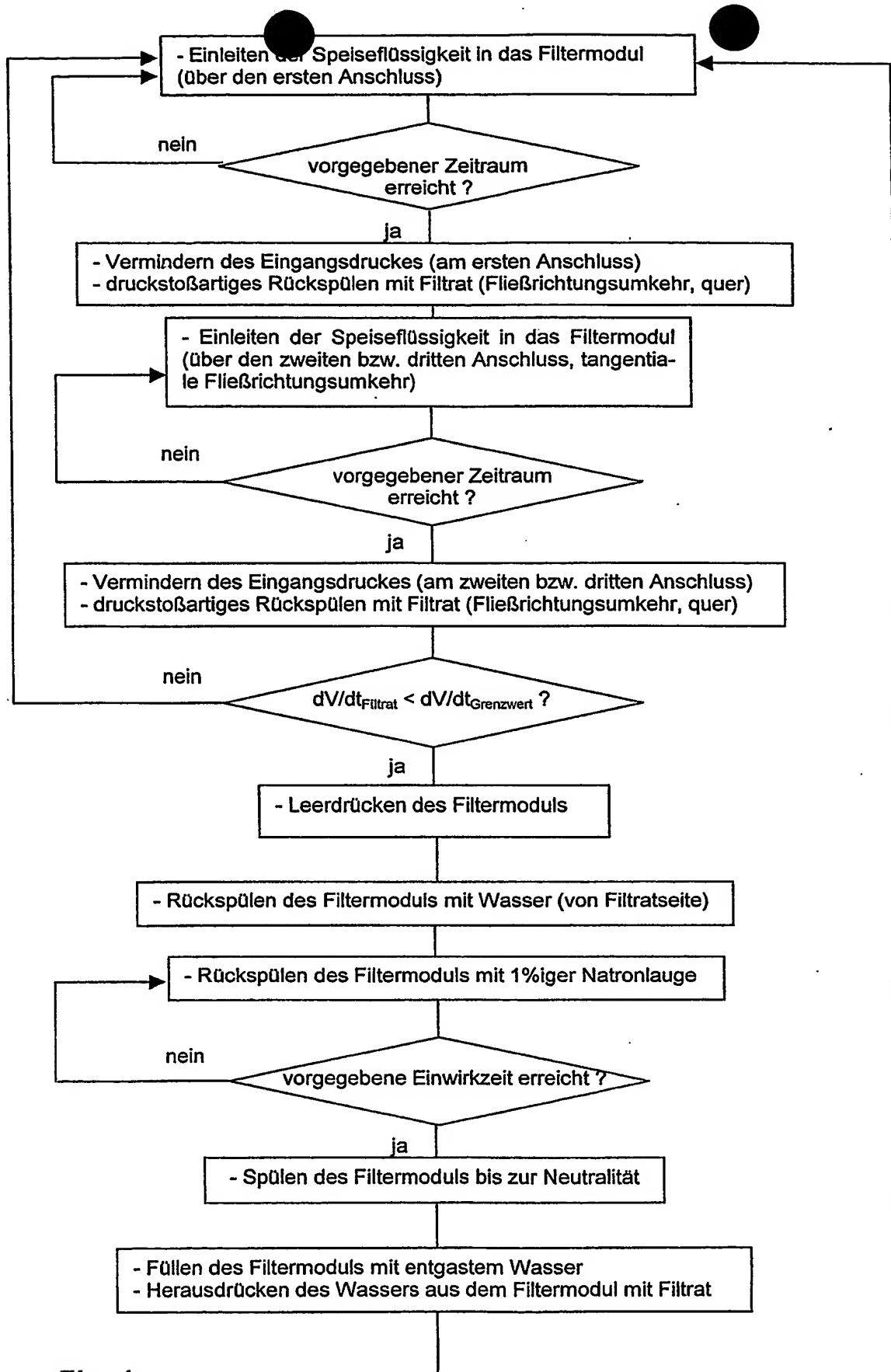


Fig. 1

1

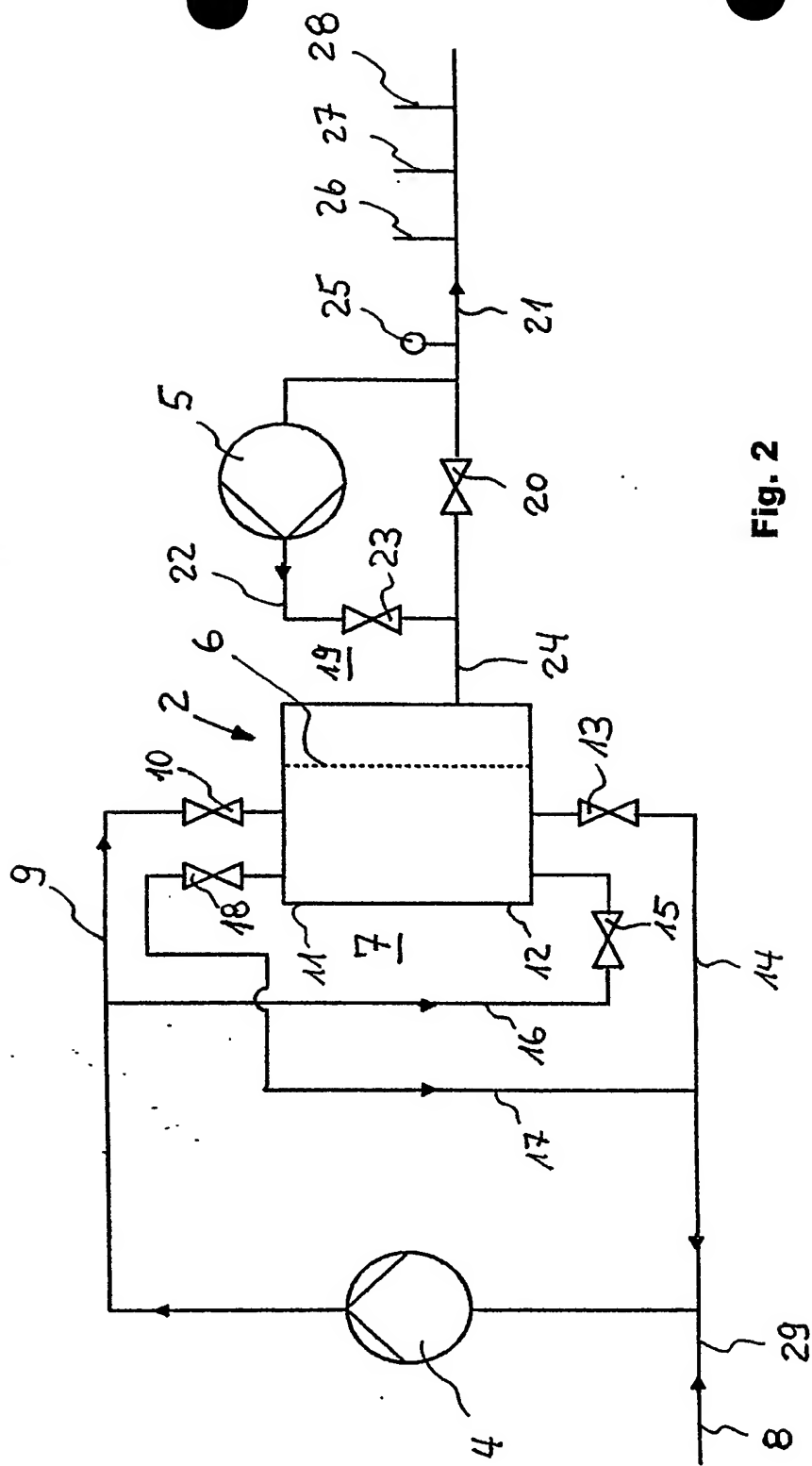


Fig. 2

Anmelder: Sartorius AG, Göttingen
Anwaltsakte: P-SAR 29

Zusammenfassung

Verfahren zur Crossflow-Filtration von Getränken, insbesondere von Bier, wobei u. a. folgende Schritte durchgeführt werden:

- a) Einleiten der Speiseflüssigkeit in ein Filtermodul mit tangentialer Anströmung einer Filtermembran in einer ersten Richtung wobei der Filtratfluss auf der Filtratseite des Filtermoduls innerhalb vorgegebener Grenzwerte gehalten wird,
- b) Vermindern des Eingangsdruckes und druckstoßartiges Rückspülen mit Filtrat durch Fließrichtungsumkehr quer zur Membran,
- c) Gegebenenfalls Einleiten der Speiseflüssigkeit mit Fließrichtungsumkehr gegenüber Schritt a) und Ableiten des Konzentrats auf der Unfiltratseite des Filtermoduls,
- d) Vermindern des Eingangsdruckes und druckstoßartiges Rückspülen mit Filtrat durch Fließrichtungsumkehr quer zur Membran,
- e) Wiederholen der Schritte a) bis d) so oft, bis der Filtratfluss den unteren vorgegebenen Grenzwert unterschreitet,
- f) bis k) Leerdrücken, Rückspülen, Spülen und
- l) Fortsetzen mit den Schritten a) bis k).